

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-180641  
 (43)Date of publication of application : 13.07.1990

(51)Int.Cl. B01J 27/224  
 B01D 53/36  
 B01J 32/00  
 B01J 37/14

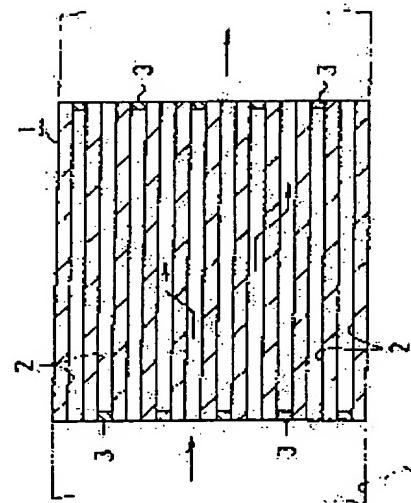
(21)Application number : 63-334147 (71)Applicant : IBIDEN CO LTD  
 (22)Date of filing : 29.12.1988 (72)Inventor : OHASHI YOSHIMI  
 YAMAUCHI HIDETOSHI

## (54) CATALYST CARRIER AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To form silica films of desired thickness on the inner surfaces of pores of a catalyst carrier very simply and securely by heating a honeycomb porous silicon carbide sintered material at the given temperature in the oxidation atmosphere.

**CONSTITUTION:** A base material 1 constituting a catalyst carrier is a porous silicon carbide material having high melting point of approximately 3000° C and is formed in the honeycomb shape. A number of gas permeating pores 2 in parallel extending in the axial direction are formed in said base material 1, and one ends of pores 2 are sealed each other by means of small pieces 3 of silicon carbide. The base material 1 is put into an oven and heated up to approximately 600–1200° C for around 0.3–10 hours while air is fed into forcibly. Then surface layers of silicon carbide crystals are oxidized on the surfaces of inner wall of pores 2 and the surface of the base material 1 to form silica films of specified oxidation degree. Thus, silica films are formed without lowering the strength of the silicon carbide sintered material.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

[of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

平2-180641

⑫ Int.Cl.

B 01 J 27/224  
B 01 D 53/36  
B 01 J 32/00  
37/14

識別記号

庁内整理番号

A 6750-4G  
C 8516-4D  
6939-4G

⑬ 公開 平成2年(1990)7月13日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全3頁)

⑭ 発明の名称 触媒担体及びその製造方法

⑮ 特願 昭63-334147

⑯ 出願 昭63(1988)12月29日

⑰ 発明者 大橋 義美 岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イビデン株式会社河間工場内

⑰ 発明者 山内 英俊 岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イビデン株式会社河間工場内

⑰ 出願人 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

⑰ 代理人 弁理士 恩田 博宣

明細書

1. 発明の名称

触媒担体及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

1 予めハニカム状に形成した多孔質炭化珪素焼結体を酸化雰囲気にて所定温度で加熱することにより、この焼結体の孔部内面に触媒担持用のシリカ膜を形成することを特徴とする触媒担体の製造方法。

2 ハニカム状に形成された多孔質炭化珪素焼結体の孔部内面に触媒担持用のシリカ膜が形成されていることを特徴とする触媒担持体。

3 前記シリカ膜を含む多孔質炭化珪素焼結体の酸素濃度は0.05wt%から2wt%であることを特徴とする請求項2に記載の触媒担持体。

4 前記シリカ膜を含む多孔質焼結体中の酸素は炭化珪素結晶の表層部に存在することを特徴とする請求項2又は3に記載の触媒担持体。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明はディーゼルエンジン等の内燃機関における排気ガスを浄化処理するための触媒成分を担持可能な触媒担体及びその製造方法に関する。

(従来の技術)

従来、例えばディーゼルエンジンの排気ガスを浄化する場合には、コーナーライトによってハニカム状に形成した触媒担体と、その触媒担体に担持された触媒成分とを有するフィルターをディーゼルエンジンの排気側に接続し、このフィルターによって前記排気ガス中のカーボン、NO<sub>x</sub>及びHC等を酸化分解するようになっている。

(発明が解決しようとする課題)

ところが、上記のフィルターにおける触媒担体は融点(1200~1300°C)の低いコーナーライトによって形成されているため、フィルター内において、排気ガスの不均一な燃焼が生じて、局部的な温度上昇が生じると、触媒担体が部分的に溶解する。そして、ディーゼルエンジンの使用が停止されて、フィルターが冷却された時、前記溶解部分から触媒担体にクラックが発生し、フィ

ルターの機能が低下するという問題があった。

上記の問題を解決するため、触媒担体として耐熱性及び熱伝導性に優れた炭化珪素焼結体を使用することがすでに提案されている（特開昭6-2-45344号公報）。この公報に開示された触媒担体においては、炭化珪素焼結体にコロイダルシリカを浸透させた後に高温で加熱することによって、焼結体内外における炭化珪素粒子の表面に触媒担持用のシリカ膜を形成するようになっている。

そのため、コロイダルシリカという特別な材料が必要になると共に、工程数が増加して手間がかかるばかりでなく、焼結体の内部の細孔がコロイダルシリカ等の塗布剤に閉塞され易く、焼結体の圧力損失が増大するという問題がある。

この発明は上記の事情を考慮してなされたものであって、その目的は炭化珪素焼結体の強度低下を招くことなく、極めて簡単な方法によって触媒担体の孔部内面に所望の厚さのシリカ膜を確実に形成することが可能な触媒担体の製造方法を提供することにある。

金属元素を有する酸化物系触媒を担持させる場合に、前記シリカ膜が剥離し、前記酸化物系触媒と多孔質炭化珪素焼結体とのぬれ性が悪く、担体に十分な強度を持たせることが困難になる。酸素濃度が2wt%より多いと、シリカ膜が厚くなり、母体の多孔質炭化珪素焼結体との熱膨張のミスマッチングが生じて強度の劣化を生じる。酸素濃度が0.006~0.1wt%の範囲がより好ましい。

以下、この発明を図面に従って詳細に説明する。第1図及び第2図に示すように、触媒担体を構成する基材1は高い融点（～3000℃）を有する多孔質炭化珪素焼結体によってハニカム状に形成されると共に、全体として円柱状をなしている。そして、この基材1には軸線方向に平行に延びる多数のガス通過孔2が形成され、各ガス通過孔2の供給側及び排出側のいずれか一端が炭化珪素質の小片3によって交互に封止されている。この基材1において、各ガス通過孔2の内壁面には所定の酸素濃度（0.005~2wt%）を有するシ

#### （課題を解決するための手段及び作用）

上記の目的を達成するために、この発明では、予めハニカム状に形成した多孔質炭化珪素焼結体を酸化雰囲気にて所定温度で加熱することにより、この焼結体の孔部内面に触媒担持用のシリカ膜を形成するようにしている。

又、炉の有効容積が0.4m<sup>3</sup>の場合、前記酸化雰囲気は炭化珪素焼結体に対して毎分1~20Lの割合で供給される空気によって形成され、かつ加熱温度及び加熱時間はそれぞれ600~1200℃及び0.3~10時間に設定されることが望ましい。

上記の製造方法によって触媒担体を製造すると、多孔質炭化珪素焼結体の孔部内面において、炭化珪素の一部が酸化されて、炭化珪素結晶の表層部にシリカ膜が形成される。シリカ膜を含む多孔質炭化珪素焼結体の酸素濃度は0.05wt%から2wt%の範囲であることが必要である。酸素濃度が0.05wt%より少ないと、前記焼結体の孔部内面の表層に形成されるシリカ膜が薄く、貯

リカ膜が形成されている。

そこで、触媒担体の製造方法について説明すると、先ず、炭化珪素粉末を主成分とする原料により、例えば本件出願人による特開昭6-259763号公報に記載された公知の方法に従って、所定の密度、曲げ強度、比表面積及び所定の酸素濃度（0.002~0.8wt%、好ましくは0.0024~0.04wt%）を有するハニカム状基材1を焼成する。そして、この基材1を炭化珪素製の炉に入れた後、毎分1~20Lの空気を炉内に強制的に送り込んで循環させると同時に、炉内の温度を0.3~10時間にわたって600~1200℃の範囲の温度に保持する。

この加熱温度が600℃未満であると、酸化反応が起こり難く、1200℃を越えると、酸化反応が進みすぎて、シリカ膜が焼結体内部まで形成されて、強度低下を招く。

上記の加熱処理により、各ガス通過孔2の内壁面及び基材1の表面において、炭化珪素結晶の表層部が酸化され、所定の酸素濃度（0.005~

2 wt %) のシリカ膜が形成される。このシリカ膜は前記空気量、加熱時間、加熱温度及び基材 1 の比表面積等に依存して変化するため、これらを制御することにより、所望の酸素濃度の均一なシリカ膜を形成できる。その後、前記シリカ膜に、白金に代表される白金族元素やその他の金属元素及びその酸化物等からなる酸化触媒を担持させれば、内燃機関等の排気ガス浄化用フィルターが形成される。

そして、排気ガスが排気通路 4 内において、第 1 図に矢印で示すように、その供給側から基材 1 内に導入されると、ガス通過孔 2 間の壁部により、排気ガス中のカーボンや HC 等が滤過されると共に、シリカ膜上の触媒により、酸化される。そして、浄化された排気ガスが基材 1 から排出される。

尚、触媒を基材 1 のシリカ膜に担持させるには、下記の方法を使用できる。即ち、

- 触媒成分を含むスラリーを基材 1 の一端面側から吹き掛ける。
- 触媒成分を含むスラリー中に基材 1 を数回浸

確實に形成することができるという優れた効果を發揮する。

#### 4. 図面の簡単な説明

第 1 図はこの発明の製造方法によって製造される触媒担体の断面図、第 2 図は側面図である。

1 … 基材、2 … ガス通過孔。

特許出願人

イビデン 株式会社

代理人

弁理士 恩田 博宣

潤する。この場合、触媒成分を基材 1 の中央部よりも両端部に多く担持させたり、その逆にしたりする。

- 触媒成分を含むスラリーを塗布する。

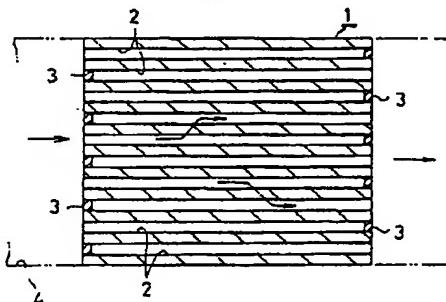
#### (実施例)

B 型の結晶構造を有する炭化珪素粉末を主成分とする原料の押出成形加工により、密度が 1.2 g/cm<sup>3</sup>、曲げ強度が 180 kg/cm<sup>2</sup>、比表面積が 0.7 m<sup>2</sup>/g、酸素濃度が 0.008 wt % のハニカム状基材 1 を形成し、この基材 1 を有効容積が 0.4 ml の炉内に入れ、その炉内に毎分 1 l の空気を強制的に供給しながら、800 ℃で 1 時間にわたって加熱した。それにより、ガス通過孔 2 の内面全体に、酸素濃度として 0.02 wt % のシリカ膜が形成され、シリカ膜の形成後に基材 1 の曲げ強度が低下することもなかった。

#### (発明の効果)

以上詳述したように、この発明は炭化珪素焼結体の強度低下を招くことなく、極めて簡単な方法によって触媒担体の孔部内面に所望のシリカ膜を

第 1 図



第 2 図

